

SOMMAIRE

	Page
OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION	2
I. — MÉTHODE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE	2
Principe	2
Réactifs	2
Appareillage	3
Mode opératoire	3
Expression des résultats	4
II. — MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE	5
A. — Cas général	5
Principe	5
Réactifs	5
Appareillage	5
Mode opératoire	5
Expression des résultats	7
Précision	7
B. — Cas particulier	8
ALLIAGES CONTENANT DE L'ÉTAIN OU DE L'ANTIMOINE OU CES DEUX ÉLÉMENTS ET POUVANT CONTENIR DU ZIRCONIUM	8
Principe	8
Mode opératoire	8
PROCÈS-VERBAL D'ESSAI	9
COMMENTAIRES	10
I. — DOSAGE GRAVIMÉTRIQUE DU SILICIUM DANS L'ALUMINIUM DE PREMIÈRE FUSION	10
II. — DOSAGE RAPIDE DU SILICIUM AUX TENEURS COMPRISES ENTRE 0,3 % ET 1,5 % DANS LES ALLIAGES D'ALUMINIUM	11

Homologuée
le 1^{er} juillet 1964
J.O. du 2-7-64

Les normes NF A 06-570 et NF A 06-571 annulent et
remplacent la norme A 06-571, homologuée en février 1953,
ainsi que le projet de norme A 06-571 additif
mis en application en août 1954.

OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme a pour objet la description des méthodes de dosage du silicium dans l'aluminium et les alliages d'aluminium de première fusion.

Elle comporte :

- une méthode spectrophotométrique applicable aux teneurs comprises entre 0,02 % et 0,3 %
- une méthode gravimétrique applicable aux teneurs supérieures à 0,3 %.

Elle prévoit en outre, un cas particulier applicable aux alliages contenant de l'étain ou de l'antimoine ou ces deux éléments et pouvant contenir du zirconium.

Elle décrit enfin, en commentaires, une méthode gravimétrique applicable aux aluminums de première fusion et une méthode de dosage rapide applicable aux alliages d'aluminium contenant entre 0,3 % et 1,5 % de silicium.

1. MÉTHODE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE (Teneurs comprises entre 0,02 % et 0,3 %)

Principe

Attaque du métal par l'hydroxyde de sodium et reprise par l'acide nitrique.

Formation d'un complexe silicomolybdique jaune. Augmentation de l'acidité par addition d'acide sulfurique et traitement par l'acide ascorbique en vue de réduire le complexe silicomolybdique en son conjugué bleu.

Spectrophotométrie.

Réactifs

- 1 — Acide nitrique 10 N :
Diluer 900 ml d'acide nitrique ($d = 1,33$) avec de l'eau et compléter à un litre.
- 2 — Acide sulfurique 10 N :
Diluer 280 ml d'acide sulfurique ($d = 1,83$) avec de l'eau et compléter à un litre.
- 3 — Acide tartrique : solution à 200 g au litre.
- 4 — Acide ascorbique : solution à 20 g au litre, fraîchement préparée.
- 5 — Hydroxyde de sodium 10 N :
Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium avec de l'eau et diluer à un litre. Conserver en flacon de polyéthylène.
- 6 — Eau oxygénée à 330 g au litre (110 volumes).
- 7 — Molybdate de sodium : solution à 60 g au litre :
Dissoudre 60 g de molybdate de sodium dans de l'eau chaude, filtrer si nécessaire et conserver dans un flacon en polyéthylène.
- 8 — Solution de base pour le tracé de la courbe d'étalonnage :
Introduire, dans un récipient en polyéthylène, 16 ml d'hydroxyde de sodium (5), 200 ml d'eau et 36 ml d'acide nitrique (1). Après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume.
- 9 — Solution-étalon de silicium à 0,02 g au litre :
Préparer en premier lieu, de l'une des deux manières indiquées ci-dessous, une solution-étalon à 0,10 g de silicium au litre :
 - Dissoudre 0,670 g de fluosilicate de sodium sec dans de l'eau chaude et compléter à un litre. Transvaser et conserver dans un récipient en polyéthylène.

— Fondre avec 3 g de carbonate de sodium très pur 0,2140 g de quartz pur sec et finement broyé, dans un creuset de platine. Extraire dans un bécher en nickel, en acier inoxydable ou en plastique, avec de l'eau chaude. Refroidir et diluer à un litre. Transvaser et conserver dans un récipient en polyéthylène.

Prélever, au moment de l'emploi, 20 ml de cette solution et diluer à 100 ml (**1 ml contient 0,02 mg de silicium**).

10 — Solution-étalon de silicium à 0,002 g au litre :

Prélever au moment de l'emploi 10 ml de solution-étalon (9) et diluer à 100 ml (**1 ml contient 0,002 mg de silicium**).

Appareillage

Matériel courant de laboratoire et notamment :

- béchers 250, NF B 35-001;
- fioles jaugées 100, NF B 35-027.

Spectrophotomètre : longueur d'onde 820 nm environ.

Mode opératoire

Prise d'essai

$E = 0,5 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$.

Utiliser des copeaux, perçures ou fraises d'épaisseur inférieure à 1 mm.

Courbe d'étalonnage

Dans 8 fioles jaugées de 100 ml, introduire 25,0 ml de solution de base (8) puis respectivement :

0	4	10	20	ml de solution-étalon (10) et					
				3	4	5	6	ml de solution-étalon (9), ce qui correspond à :	
0	8	20	40	60	80	100	120	μg de silicium, soit :	
0	—	0,02	—	0,05	—	0,10	—	0,15	—
				0,20	—	0,25	—	0,30	% de silicium pour une prise d'essai de 0,500 g.

Ajouter de l'eau pour obtenir un volume d'environ 50 ml, ajouter 10 ml de solution de molybdate de sodium (7), mélanger et attendre dix minutes. Ajouter 5 ml d'acide tartrique (3) puis 20 ml d'acide sulfurique (2) en lavant le col des fioles, enfin 5 ml d'acide ascorbique (4) en agitant le contenu des fioles. Compléter à 100 ml et mélanger.

Effectuer en outre un essai-témoin du terme zéro de la gamme d'étalonnage. Pour cela introduire dans une fiole jaugée de 100 ml successivement : 25,0 ml de solution de base (8), 25 ml d'eau, 20 ml d'acide sulfurique (2), 5 ml d'acide tartrique (3), 10 ml de solution de molybdate de sodium (7) et 5 ml d'acide ascorbique (4). Compléter à 100 ml et mélanger.

Effectuer les mesures photométriques sur chacun des termes de la gamme à une longueur d'onde de 820 nm environ, après avoir réglé le photomètre de telle façon que le zéro corresponde à l'essai-témoin du terme zéro de la gamme d'étalonnage.

Tracer la droite (D) représentant les absorptions en fonction des teneurs en silicium. Cette droite ne passe pas nécessairement par l'origine. Mener par l'origine la parallèle (E) à la droite (D). Cette droite (E) est la courbe d'étalonnage.

Attaque et dosage

Attaquer la prise d'essai par 10 ml d'hydroxyde de sodium (5) dans un creuset en nickel, en argent ou en platine, fermé par un couvercle du même métal ; chauffer ensuite modérément sans porter à l'ébullition. Ajouter quelques gouttes d'eau oxygénée (6), rincer le couvercle et la paroi du creuset avec le minimum d'eau et faire bouillir doucement sur plaque (Remarque 1).